



日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年 1月24日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-015382

[ST.10/C]:

[JP2001-015382]

出 願 人

Applicant(s):

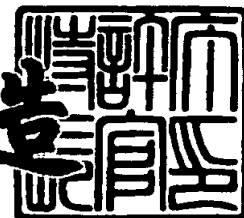
松下電器産業株式会社

RECEIVED  
MAY 10 2002  
TC 1700

2002年 1月18日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3116402

【書類名】 特許願

【整理番号】 2033830004

【提出日】 平成13年 1月24日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G11B 5/39

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内

【氏名】 川分 康博

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内

【氏名】 美濃 規央

【特許出願人】

【識別番号】 000005821

【氏名又は名称】 松下電器産業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100097445

【弁理士】

【氏名又は名称】 岩橋 文雄

【選任した代理人】

【識別番号】 100103355

【弁理士】

【氏名又は名称】 坂口 智康

【選任した代理人】

【識別番号】 100109667

【弁理士】

【氏名又は名称】 内藤 浩樹

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 011305

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9809938

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁気記録媒体および磁気記録媒体の製造方法、磁気記録再生装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 非磁性基板上に直接または下地層を介して連続薄膜軟磁性層が形成され、該薄膜軟磁性層上に3nm以上50nm以下の直径の微粒子からなる磁気記録層が形成されていることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 2】 請求項 1 の磁気記録媒体に更に、前記微粒子を囲み、前記微粒子表面に付着して実質的に均一な間隔で維持するための被覆を含む磁気記録媒体。

【請求項 3】 非磁性基板上に直接または下地層を介して、気相急冷法により軟磁性薄膜を形成する第 1 の工程と、表面に有機コーティング膜を付着した3nm以上50nm以下の直径の磁性微粒子を、軟磁性薄膜上に直接または中間層を介して塗布する第 2 の工程からなる磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 4】 非磁性基板上に直接または下地層を介して、気相急冷法により軟磁性薄膜を形成する第 1 の工程と、表面に有機コーティング膜を付着した3nm以上50nm以下の直径の磁性微粒子を、軟磁性薄膜上に直接または中間層を介して塗布する第 2 の工程と、前記軟磁性層上の微粒子を磁界中、200℃以上の温度で熱処理する第 3 の工程からなる磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 5】 前記熱処理温度は、500℃以上700℃以下であることを特徴とする請求項 4 に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 6】 前記熱処理中の磁界は5kOe以上15kOe以下であることを特徴とする請求項 4 に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 7】 前記磁性微粒子はFePtまたはCoPt合金であることを特徴とする請求項 4 に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 8】 前記第 3 の工程の磁界の印加方向は基板面に垂直方向であることを特徴とする請求項 4 に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 9】 非磁性基板上に直接または下地層上に、表面に有機コーティング膜を付着した3nm以上50nm以下の直径の磁性微粒子を塗布する第 1 の工程と、

前記軟磁性層上の微粒子を磁界中、200℃以上の温度で熱処理する第2の工程からなる磁気記録媒体の製造方法。

【請求項10】 前記熱処理温度は、500℃以上700℃以下であることを特徴とする請求項9に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項11】 前記熱処理中の磁界は5kOe以上15kOe以下であることを特徴とする請求項9に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項12】 前記磁性微粒子はFePtまたはCoPt合金であることを特徴とする請求項9に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項13】 前記第2の工程の磁界の印加方向は基板面に垂直方向であることを特徴とする請求項9に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項14】 非磁性基板上に直接または下地層を介して、気相急冷法により軟磁性薄膜層を形成する第1の工程と、前記薄膜層表面に有機コーティング膜を形成する第2の工程と、微粒子表面に有機コーティングした微粒子を前記有機コーティング膜の表面に塗布して、前記微粒子表面の有機コーティング膜と前記薄膜層表面の有機コーティング膜の間で化学結合を形成させ微粒子層を軟磁性薄膜上に配列せしめる第3の工程からなる磁気記録媒体の製造方法。

【請求項15】 非磁性基板上に直接または下地層を介して、気相急冷法により軟磁性薄膜層を形成する第1の工程と、前記薄膜層表面に有機コーティング膜を形成する第2の工程と、微粒子表面に有機コーティングした微粒子を前記有機コーティング膜の表面に塗布して、前記微粒子表面の有機コーティング膜と前記薄膜層表面の有機コーティング膜の間で化学結合を形成させ微粒子層を軟磁性薄膜上に配列せしめる第3の工程と、更に軟磁性膜上に形成された微粒子を磁界中、200℃以上の温度で熱処理する第4の工程からなる磁気記録媒体の製造方法。

【請求項16】 磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体を駆動する手段と、記録部と再生部とを備える磁気ヘッドと、前記磁気ヘッドを駆動する手段とを含む磁気記録再生装置において、

請求項1から16に記載のいずれかに記載の磁気記録媒体を用い、磁気ヘッドの記録部として単磁極ヘッドを用いることを特徴とする磁気記録再生装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、高密度磁気記録に適する磁気記録媒体とその製造方法およびこれを用いた磁気記録再生装置に関する。

【0002】

## 【従来の技術】

現在用いられている磁気記録再生装置は、コンピューター用ストレージとしてのハードディスクドライブ（HDD）、HDDのバックアップとしてのテープストリーマ、ビデオテープレコーダー等がある。磁気記録媒体としては、主に磁気ディスクと磁気テープがあるが、中でももっとも高密度の磁気記録が実現されているのは、HDD用のハードディスクであり、現在  $20 \text{ Gbit/in}^2$ （1平方インチあたり20ギガビット  $= 20 \times 10^9$  ビット）という高密度に到達しつつある。現在ハードディスクの磁性層の形成方法としては、主に、スパッタリング法などの薄膜形成法が用いられている。ところが、近年、記録密度の上昇に伴い、薄膜記録媒体の記録密度も限界に近づいてきた。即ち、記録密度の上昇により、1個の記録ビットの専有する面積はだんだん小さくなり、記録ビットを構成する磁性結晶粒の大きさも小さくなりつつある。磁性結晶粒の大きさがある臨界の大きさよりも小さくなると、室温においても磁性結晶粒の磁化が不安定になるという、いわゆる「熱揺らぎ」の問題が起こる。スパッタリング法等で形成した薄膜媒体は、通常Co-Cr系の材料のものが用いられているが、この材料の薄膜媒体においては、Co高濃度の強磁性微粒子の周りに、Crが偏析した比較的Cr高濃度な非磁性層が覆うことにより強磁性微粒子間の相互作用が分離されている。このような薄膜微粒子媒体においては、磁性粒子1個1個の大きさが不均一である上に、偏析による磁性粒子間の磁氣的相互作用の分離も不均一であるため、比較的小さな磁性粒子が、「熱揺らぎ」の臨界の大きさに達して記録された磁化が不安定になる問題が起こりやすい。また、このようなCrの偏析という材料に依存する特性を利用している限りにおいては、熱揺らぎに強い、より大きな一軸結晶磁気異方性定数  $K_u$  を有する磁性材料を用いるのも困難である。

## 【 0 0 0 3 】

磁性材料の磁化の熱揺らぎに対する強さは  $K u \cdot V / k T$  ( $V$  は磁性体の体積、 $k$  はボルツマン定数、 $T$  は絶対温度) の値を指標とすることができ、この値が大きいほど、熱揺らぎに対して強い。室温では分母の  $k T$  は一定の値となるので、 $K u$  が大きな粒子ほど磁性粒の大きさが小さいものまで熱揺らぎに対して安定ということになる。

## 【 0 0 0 4 】

このような薄膜媒体の問題を克服し、更なる高密度記録に適用可能な磁気記録媒体として、いわゆるパターンドメディアが提案されている。パターンドメディアとは、微小磁性体を非磁性層を介して、規則的に（通常平面上に）配列したものである。

## 【 0 0 0 5 】

パターンドメディアの形成方法としては、一般に提案されている方法としては、一度形成された薄膜連続媒体を、電子線露光等のリソグラフィ技術を用いて、パターン化する方法である。しかしながら、現在求められているパターンドメディアのサイズは既に、数十ナノメートルから数ナノメートルのサイズであり、このような微細な加工を実現するためには、リソグラフィにも、EB露光等の方法が必要とされる。ところが、現在のところ、EB露光等の方法は大面积を高速に処理することができない等の問題がある。

## 【 0 0 0 6 】

そこで、パターンドメディアを作製する別の方法として、最近IBMのグループから、化学的に合成された5 nm程度の微粒子をいわゆる自己組織化の方法を用いて基板上に配列する方法が提案された（SCIENCE 2000年3月17日号、第287巻、1989頁）。この方法によれば、高価なリソグラフィ装置を用いなくても制御された大きさの微粒子を規則正しく配列することができる。IBMグループは、材料として結晶磁気異方性の大きなFePtを用い、化学的方法で約4 nmの直径のFePt微粒子を合成し、この微粒子に有機膜を結合させることにより、基板上に間隔を保ってFePt微粒子を配列した。さらに、FePt微粒子を熱処理することにより、 $\sim 6 \text{ kOe}$  の保磁力を発現させた。

## 【0007】

また、一方では、従来の面内磁気記録媒体に代わって、垂直磁気記録媒体が将来の磁気記録媒体として有望視されている。（垂直磁気記録、垂直磁気記録媒体に関する解説は、たとえば、S. X. Wang, A. M. Taratorin著、"Magnetic Information Storage Technology," Academic Press, San Diego, ISBN0-12-734570-1の192頁～）垂直磁気記録は媒体に記録された磁化の反磁界の影響が高密度において小さいと考えられるので、面内記録以上に高密度記録が可能と考えられている。垂直磁気記録を行う場合、記録ヘッドとして、従来のリングヘッドを用いる方法もあるが、より高密度の記録を行うためには、図2に示すような単磁極型のヘッド20が適している。

## 【0008】

単磁極型ヘッドはリング型ヘッドに比べて、記録磁界の垂直成分が強く、垂直磁気記録媒体に適している。しかしながら、単磁極ヘッドは、リングヘッドと異なり、開磁路構造なのでヘッドの効率が悪い。そこで、この欠点を改良するために、垂直記録層の下にさらに、軟磁性層3を設けて磁束を下地層に逃がすことにより、有効に磁束を逃がすことが提案されている。さらに、磁束のパスを閉磁路に近づけるために、図3に示すように単磁極ヘッド20にリターンヨーク23を設け、磁束を循環させるヘッドも提案されている。この場合、リターンヨーク23は、磁極21に比べて断面積が広いので、磁束密度が低くなり、記録された磁化が反転する心配はない。

## 【0009】

## 【発明が解決しようとする課題】

従来、 $100\text{Gbit/in}^2$ （1平方インチあたり100ギガビット＝ $100 \times 10^9$ ビット）を越えるような高密度記録を実現するのに適した垂直記録媒体がなかった。従来の垂直磁気記録の提案では、主に、磁気記録層2として、前述の薄膜型の磁気記録媒体が提案されていた。このような薄膜型磁気記録媒体では、面内記録の場合と同様に、磁性粒の大きさ制御が困難であると予測され、 $100\text{Gbit/in}^2$ 超の高密度記録は困難と考えられた。

## 【0010】



また、微粒子を用いた I B M 社の方法においても、磁性微粒子の磁気異方性は等方的であり、高密度記録に適した垂直磁気異方性を有する磁気記録媒体の作製は不可能であった。

#### 【 0 0 1 1 】

##### 【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために、本発明の磁気記録媒体は、非磁性基板上に直接または下地層を介して連続薄膜軟磁性層が形成され、該薄膜軟磁性層上に3nm以上50nm以下の直径の微粒子からなる磁気記録層が形成されていることを特徴とする。この磁気記録層には、概略基板面垂直方向に磁気記録される。

#### 【 0 0 1 2 】

より望ましくは、前記磁気記録媒体に更に、前記微粒子表面に、前記微粒子を囲み、前記微粒子表面に付着して実質的に均一な間隔で維持するための被覆を含む。

#### 【 0 0 1 3 】

次に、本発明の磁気記録媒体の製造方法は、非磁性基板上に直接または下地層を介して、気相急冷法により軟磁性薄膜を形成する第1の工程と、表面に有機コーティング膜を付着した3nm以上50nm以下の直径の磁性微粒子を、軟磁性薄膜上に直接または中間層を介して塗布する第2の工程からなる。

#### 【 0 0 1 4 】

本発明の第2の磁気記録媒体の製造方法は、非磁性基板上に直接または下地層を介して、気相急冷法により軟磁性薄膜を形成する第1の工程と、表面に有機コーティング膜を付着した3nm以上50nm以下の直径の磁性微粒子を、軟磁性薄膜上に直接または中間層を介して塗布する第2の工程と、前記軟磁性層上の微粒子を磁界中、200℃以上の温度で熱処理する第3の工程からなる。

#### 【 0 0 1 5 】

第2の製造方法においてより望ましくは、前記熱処理温度は、500℃以上700℃以下であることを特徴とする。

#### 【 0 0 1 6 】

また、第2の製造方法においてより望ましくは、前記熱処理中の磁界は5 k O

e 以上 1 5 k O e 以下であることを特徴とする。

【 0 0 1 7 】

また、第 2 の製造方法においてより望ましくは、前記磁性微粒子は FePt または CoPt 合金であることを特徴とする。

【 0 0 1 8 】

また、第 2 の製造方法においてより望ましくは、前記第 3 の工程の磁界の印加方向は基板面に垂直方向であることを特徴とする。

【 0 0 1 9 】

次に、本発明の第 3 の磁気記録媒体の製造方法は、非磁性基板上に直接または下地層上に、表面に有機コーティング膜を付着した 3nm 以上 50nm 以下の直径の磁性微粒子を塗布する第 1 の工程と、前記軟磁性層上の微粒子を磁界中、200℃ 以上の温度で熱処理する第 2 の工程からなる。

【 0 0 2 0 】

前記第 3 の磁気記録媒体の製造方法において、より望ましくは、前記熱処理温度は、500℃ 以上 700℃ 以下であることを特徴とする。

【 0 0 2 1 】

前記第 3 の製造方法において、より望ましくは、前記熱処理中の磁界は 5 k O e 以上 1 5 k O e 以下であることを特徴とする請求項 9 に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【 0 0 2 2 】

前記第 3 の製造方法においてより望ましくは前記磁性微粒子は FePt または CoPt 合金であることを特徴とする。

【 0 0 2 3 】

前記第 3 の製造方法において、より望ましくは、前記第 2 の工程の磁界の印加方向は基板面に垂直方向であることを特徴とする。

【 0 0 2 4 】

次に、本発明の第 4 の磁気記録媒体の製造方法は、非磁性基板上に直接または下地層を介して、気相急冷法により軟磁性薄膜層を形成する第 1 の工程と、前記薄膜層表面に有機コーティング膜を形成する第 2 の工程と、微粒子表面に有機コ

ーティングした微粒子を前記有機コーティング膜の表面に塗布して、前記微粒子表面の有機コーティング膜と前記薄膜層表面の有機コーティング膜の間で化学結合を形成させ微粒子層を軟磁性薄膜上に配列せしめる第3の工程からなる。

#### 【0025】

次に、本発明の第5の磁気記録媒体の製造方法は、非磁性基板上に直接または下地層を介して、気相急冷法により軟磁性薄膜層を形成する第1の工程と、前記薄膜層表面に有機コーティング膜を形成する第2の工程と、微粒子表面に有機コーティングした微粒子を前記有機コーティング膜の表面に塗布して、前記微粒子表面の有機コーティング膜と前記薄膜層表面の有機コーティング膜の間で化学結合を形成させ微粒子層を軟磁性薄膜上に配列せしめる第3の工程と、更に軟磁性膜上に形成された微粒子を磁界中、200℃以上の温度で熱処理する第4の工程からなる。

#### 【0026】

次に、本発明の磁気記録再生装置は、磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体を駆動する手段と、記録部と再生部とを備える磁気ヘッドと、前記磁気ヘッドを駆動する手段とを含む磁気記録再生装置において、

請求項1から16に記載のいずれかに記載の磁気記録媒体を用い、記録ヘッドとして単磁極ヘッドを用いることを特徴とする。

#### 【0027】

#### 【発明の実施の形態】

以下、本発明の磁気記録媒体を図面を参照しながら説明する。

#### 【0028】

図1は、本発明の磁気記録媒体の断面図の一例である。本発明の磁気記録媒体は、非磁性基板4上に直接又は下地層を介して、軟磁性薄膜層3が形成され、更にその上に、磁性微粒子1からなる磁気記録層2が形成されている。磁気記録層2は、3nm以上50nm以下の直径の磁性微粒子1と磁性微粒子1を覆う被覆5から成り立っている。被覆5は、磁性微粒子1を一定の間隔で配置するのに役立つ。被覆5の材料は非磁性であれば何でも良い。磁性微粒子1の材料としては、一軸結晶磁気異方性定数Kuの大きなFePt, CoPt, FePd, MnAl, Co, Co-Pt, Sm-

Co, Fe-Nd-B等の材料がよいが、特にKuが大きく、耐食性等の実用性の両方の観点からはFePt, CoPtの $L1_0$ 層の規則合金が優れている。なお、高密度記録に適した磁性材料については、たとえば、IEEE Transaction on Magnetics, vol.36, No.1, 2000年、第10頁～にWellerらの解説がある。

## 【0029】

磁性微粒子1の大きさとしては、高密度記録の観点からは、なるべく小さいのが望ましい。しかしながら、熱揺らぎの観点からはなるべく大きいものがよい。そして、前述したように、Kuが大きい材料ほど粒子の大きさが小さくても、熱揺らぎに対してより磁化が安定である。具体的に磁性微粒子の大きさとしては、少なくとも3nm以上、望ましくは4nm以上の大きさがよく、上限は50nm以下、望ましくは10nm以下、より望ましくは8nm以下がよい。

## 【0030】

また、微粒子層の層数であるが、図1に示すように1層だけ均一に配列されるのが最も望ましいが、均一に配列されていれば、2層、あるいは3層といった複数層微粒子が配列しているものも利用できる。

## 【0031】

軟磁性薄膜層3の材料としては、低磁歪で、結晶磁気異方性の小さな材料が優れている。結晶質のもの、非晶質のもの、いずれも本発明では使用可能である。具体的には、Ni-Fe、Co-Nb-Zr, Fe-Ta-C, Co-Ta-Zr, Fe-Al-Si等の金属材料あるいはフェライト等の酸化物の材料が適用可能である。軟磁性薄膜層3の膜厚としては、軟磁性膜の飽和を防ぐ観点からある程度の膜厚は必要で、少なくとも100nm以上、望ましくは300nm以上の膜厚が望ましい。また、上限としては、生産性の観点、表面平滑性の点などから1μm以下とするのがよい。

## 【0032】

基板4としては、アルミ基板、ガラス基板等の非磁性材料が用いられる。

## 【0033】

次に本発明の磁気記録媒体の製造方法について説明する。

## 【0034】

まず、図1に示す磁気記録媒体を製造する第1の方法について説明する。平坦

な非磁性基板4上に、直接、又は下地層を介して軟磁性薄膜層3を形成する。軟磁性薄膜層3の形成方法は、液相法（メッキ法）、気相急冷法などの方法がある。

【0035】

この中では気相急冷法がよい。気相急冷法としては、CVD法、スパッタリング法、真空蒸着法等があるが、この中では、スパッタリング法が特に有効である。

【0036】

また、超高密度記録においては、媒体の平滑性が重要であるため、作製された軟磁性薄膜の表面をイオンビーム、クラスターイオンビーム等で処理して、平滑性を向上させるのも有効である。

【0037】

このようにして形成した軟磁性薄膜層上に、更に、微粒子表面に有機コーティング膜を形成した微粒子を塗布する。有機コーティング膜が単分子膜または単分子膜を出発材料とした重合膜であるので、微粒子の間隔が制御することが可能となる。また、単分子膜が自己組織化膜で、チオール基、クロロシラン基、配位結合基、イソシアート基、アルコキシシラン基等の化学反応基を有する分子から形成されるので、微粒子の素材に応じた有機コーティング膜形成が可能となる。

【0038】

微粒子に有機コーティング膜を施す方法としては、たとえば、乾燥雰囲気中で非水系不活性溶媒としてヘキサン100 mLに末端官能基としてフェニル基を有するクロロシラン化合物を加えて0.01 mol/Lのヘキサン溶液を作成し、その後、その溶液に磁性微粒子1を100 mg加え、よく攪拌する。半時間後に当該乾燥雰囲気中で上記ヘキサン溶媒及び未反応のクロロシラン化合物と磁性微粒子を分離することにより磁性微粒子表面上にクロロシラン化合物からなる単分子膜が形成される。

【0039】

また、エネルギー線を有機コーティング膜に照射することにより、照射された有機コーティング膜に化学反応基を発生させる方法も有効である。

【0040】

また、エネルギー線が紫外線、遠紫外線、X線、ガンマ線で使用可能であるので、有機コーティング膜を構成する多様な官能基を使用することが可能となる。

【0041】

また、エネルギー線としてプラズマを使うことにより容易に化学反応基を発生させることもでき、本方式によっても有機コーティング膜を構成する多様な官能基を使用することが可能となる。

【0042】

通常は、磁気記録層2の上に更に保護層を形成する。保護層としては、固体保護層としてダイヤモンド上カーボン膜(DLC膜)等を用い、更に液体潤滑剤を塗布する場合が多い。

【0043】

以上のようにして作製した磁気記録媒体に、より望ましくは、第2の磁気記録媒体の製造方法にあるように、高温、磁界中で磁気記録媒体を熱処理する。特にFePt、CoPt等の系においては、熱処理によって、規則化させることによって、保磁力を生じる。熱処理時の温度は500℃以上望ましくは550℃以上必要である。また、温度が高すぎると保磁力が大きくなりすぎる、軟磁性膜の特性が劣化する等の問題が生じることがあるので、高くても700℃以下、望ましくは、650℃以下とするのがよい。熱処理するときには、膜面垂直方向に少なくとも5kOe以上、望ましくは10kOe以上の磁界を加える。磁界が15kOe以上であると磁界印加装置が大きくなりすぎるので、必要に応じて15kOe以下、望ましくは12kOe以下の磁界にとどめるべきである。この熱処理中の磁界によって、微粒子に特定の方向に磁気異方性を持たせることが可能となる。また、本発明の場合、磁性微粒子1の下に、軟磁性下地膜が形成され、この軟磁性膜が、外部からの強磁界により膜面垂直方向に磁化され、磁化された軟磁性膜により強い磁界が磁性微粒子1に及ぼされるので、磁性微粒子がより強い垂直磁気異方性を持ちやすくなる。また、前述したように比較的厚い軟磁性薄膜層3を用いれば、磁性微粒子1に垂直磁気異方性を付与するのにも有効である。なお、軟磁性薄膜層に適当な異方性を付与するために、熱処理後に更に低温かつ低磁界で熱処理を行って軟磁性膜の異方性を再度つけ直すのも良い。

## 【 0 0 4 4 】

また、本発明の第3の磁気記録媒体の製造方法は、前述のような磁界中での磁性微粒子熱処理が、軟磁性下地層3の無い構造においても、ある程度有効であるので、記述した。

## 【 0 0 4 5 】

また、図1の磁気記録媒体の、より有効な作製方法の一つが、本発明の第4の磁気記録媒体の製造方法である。

## 【 0 0 4 6 】

本発明の磁気記録媒体に記録する磁気ヘッドは、図4に記述したような単磁極ヘッドを用いるのが望ましい。単磁極ヘッド20は、コイル22に電流Aを流すことにより、軟磁性体からなる磁極21から磁界（磁束）Bが発生する。単磁極ヘッド20から発生する磁界は、従来のリングヘッドと異なり、磁気記録層2において、磁界の膜面垂直方向の成分が強く、本発明の磁気記録媒体には適している。このとき、磁気記録層が垂直磁気異方性を有すれば、より効果的に磁気記録再生を行うことができる。また、磁束Bは、磁極21からでて、磁気記録層2を通り、軟磁性薄膜層3を流れることになる。

## 【 0 0 4 7 】

単磁極ヘッドは開磁路構造のため、これを改善するために、図5に示すようなリターンヨークを設けたタイプの単磁極ヘッドも提案されている。この場合、リターンヨーク23の断面積は磁極21に比べて広く磁束密度は小さくなるので、リターンヨークが記録層の磁化を書き換える可能性は小さい。リターンヨークを用いた単磁極ヘッドを用いることにより、より有効に本発明の磁気記録媒体に磁気記録できるようになる。

## 【 0 0 4 8 】

再生ヘッド（磁気ヘッドの再生部）としては、現在磁気抵抗変化を利用したMRヘッド（Magnetoresistive head）が盛んに用いられている。中でも巨大磁気抵抗効果（Giant Magnetoresistance、GMR）を用いたGMRヘッド（スピンバルブヘッドとも呼ばれている）が主流となりつつある。しかしこれも限界に近づきつつあり、 $100\text{ Gbit/in}^2$ を超える記録密度においてはトンネル効果を

利用した TMR (Tunneling Magnetoresistance) ヘッドや、膜面に垂直に電流を流す GMR 効果を利用した CPP-GMR (Current Perpendicular to the Plane) ヘッドが利用される可能性が高い。

## 【0049】

図6は、本実施の形態に係る磁気記録媒体を用いた磁気記録再生装置110の平面図および側面図である。

## 【0050】

ハードディスク装置110は、本実施の形態で説明した磁気記録媒体（この場合は磁気ディスク）116と、ディスクを駆動するディスク駆動モータ112とを備える。単磁極ヘッドのような記録部と、再生部を備える磁気ヘッドは、スライダ120にとりつけられ、スライダを支持するヘッド支持機構130と、ヘッド支持機構130を介して磁気ヘッドをトラッキングするアクチュエータ114とディスク116を回転駆動するヘッド支持機構130は、アーム122とサスペンション124とを含む。

## 【0051】

ディスク駆動モータ112は、ディスク116を所定の速度で回転駆動する。アクチュエータ114は、磁気ヘッドがディスク116の所定のデータトラックにアクセスできるように、磁気ヘッドを保持するスライダ120をディスク116の表面を横切って半径方向に移動させる。アクチュエータ114は、代表的には直線式または回転式のボイスコイルモータである。また、最近は更に磁気ヘッドの位置決め精度を上げるために、たとえばサスペンションも駆動させるような2段アクチュエータも開発されている。

## 【0052】

磁気ヘッドを保持するスライダ120は、例えば空気ベアリングスライダである。この場合には、スライダ120は、磁気記録再生装置110の起動・停止動作時にはディスク116の表面と接触する。このとき、ディスクとスライダの間で摩擦が生じるのを防ぐため、停止時にスライダをディスク上外に待避されるいわゆるロード・アンロード機構も実用化されている。磁気記録再生装置110の情報記録再生動作時には、スライダ120は回転するディスク116とスライダ



120との間で形成される空気ベアリングによりディスク116の表面上に維持される。スライダ120に保持された磁気ヘッドは、ディスク116に情報を記録再生する。

【0053】

以下に、本発明をより具体的な実施例を用いて説明する。

【0054】

(実施例1)

基板4として、直径2.5インチのガラス基板を用い、気相急冷法と、化学的な方法を組み合わせ、図1に示す磁気記録媒体を作製した。

【0055】

第1に、ガラス基板4上に、軟磁性薄膜層3として、Ni-Fe膜を直流スパッタリング法にて形成した。まず、成膜室を $1 \times 10^{-5}$  Torr以下に排気した後、スパッタガスとしてArガスを2mTorrとなるまで導入した。ターゲットとしては直径3インチの $\text{Ni}_{0.8}\text{Fe}_{0.2}$ 合金（組成は原子%）ターゲットを用い、ターゲットパワーは100Wとした。軟磁性薄膜層の膜厚は500nmとした。この軟磁性膜の飽和磁束密度Bsは1T、保磁力Hcは0.3Oe、透磁率 $\mu$ は100であった。

【0056】

第2に、軟磁性薄膜層3を形成したガラス基板4を大気に出し、溶液に基板を浸漬する事により、クロロシラン化合物からなる単分子膜を軟磁性薄膜3表面上に形成した。より詳細には、乾燥雰囲気中でヘキサデカンとクロロホルムの容積比4対1の溶媒を作成し、当該溶媒100mLに末端官能基として $\text{CH}_2\text{Cl}$ 基を有するクロロシラン化合物を加えて0.01mol/Lのヘキサデカン/クロロホルム混合溶液を作成した。乾燥雰囲気中でこの溶液20mLを採り、基板4を上記溶液に浸漬し、緩やかに攪拌した。半時間後に同じく乾燥雰囲気中で上記混合溶液から上記基板を取り出し、乾燥雰囲気中で上記基板をクロロホルムに浸漬して洗浄を行った。その後、上記基板4を取り出した。軟磁性薄膜層3表面には上記クロロシラン化合物からなる単分子膜34が形成された（図8）。

【0057】

第3に、単分子膜を表面に形成した直径約5 nmの $\text{Fe}_{0.52}\text{Pt}_{0.48}$ 合金微粒子を、前記単分子膜を形成した軟磁性薄膜上に塗布した。まず、図7に示すように $\text{FePt}$ 微粒子1上の単分子膜32を作製した。すなわち、乾燥雰囲気中で非水系不活性溶媒としてヘキサン100 mLに末端官能基としてフェニル基を有するクロロシラン化合物を加えて0.01 mol/Lのヘキサン溶液を作成した。次にその溶液に $\text{FePt}$ 微粒子1を100 mg加え、よく攪拌した。半時間後に当該乾燥雰囲気中で上記ヘキサン溶媒及び未反応のクロロシラン化合物と磁性微粒子を分離した。次に、図8に示すように、上記軟磁性薄膜3表面に上記磁性微粒子1を保持する操作を行った。上記単分子膜形成を終えた磁性微粒子をクロロホルムに分散させた液を調整した。その濃度は適宜でよく、本実施例の場合はクロロホルム50 mLに対して100 mgとした。上記基板を入れたマイクロ反応容器を油浴に置き、上記基板上にスポイトを用いて上記クロロホルム溶液を数箇所滴下して、基板表面が上記クロロホルム溶液で濡れた状態にした。さらに塩化アルミニウムをごく少量加えて、攪拌子によりよく攪拌した。次いで油浴の温度を上げて、120度程度に設定し、加熱した。基板上のクロロホルムはすぐに気化するのでそれを抑えるためマイクロ反応容器に冷却管を取り付けてクロロホルム溶液の減少を抑えた。1時間後、基板上には磁性微粒子が残り、磁性微粒子と基板の双方の表面に形成された単分子膜の官能基同士の化学反応が行われた。この反応は基板表面に形成された単分子膜の官能基と磁性微粒子表面に形成された単分子膜表面の官能基に対してのみ行われ、磁性微粒子表面に形成された単分子膜の官能基同士では反応が起きず、反応後に基板をヘキサンで洗うことにより未反応の磁性微粒子は基板から洗い落とすことが出来、基板上には反応が起きた磁性微粒子が化学結合35で固定された。この磁性微粒子は結果として基板表面上に微粒子からなる構造物36を形成した(図8)。

【0058】

第4に、以上のようにして作製された図8の形態の試料を、磁界中熱処理装置により、高温、高磁界中で熱処理し、磁気記録層に垂直磁気異方性を示した。このとき、試料の雰囲気は不活性ガス窒素1気圧の中に満たし、磁界として10 kOeの磁界を膜面に垂直方向に印加した。磁界を印加したまま、約30分あたり

100℃の速度で昇温し、約570℃の温度に3時間保ち、昇温時と同じ速度で冷却した。以上のような高温熱処理過程を経験すると、図8に示すような構造は維持されず、32, 34の単分子膜は炭化してしまうと考えられるが、これらは図1の5に示すようなある種の被覆として存在し、微粒子間の距離を一定に保つべく残存すると考えられる。この後、更に軟磁性膜の異方性を面内にするために、膜面内で回転する1000eの磁界中に試料をおき、200℃の温度に3時間保持した。

## 【0059】

また、比較のために、図1の軟磁性薄膜層のないものも、その他は上記実施例1-1と全く同様の方法で媒体を作製した（実施例1-2）。

## 【0060】

また、実施例1-1と同じ方法でかつ、第4の工程で磁界を印加しないで作製したものも作製した（実施例1-3）。

## 【0061】

また、実施例1-1と同じ方法でかつ、上記第2の工程を省略したものも作製した（実施例1-4）。

## 【0062】

また、図1の軟磁性薄膜層もなく、第4の工程で磁界を印加しないで熱処理したものも作製した（比較例A）。

## 【0063】

このようにして作製した磁気記録媒体の磁気特性をSQUID (Superconducting Quantum Interference Device)により評価した。室温で、磁化曲線を書かせ、その角形比S（残留磁化 $M_r$ と飽和磁化 $M_s$ との比 $M_r/M_s$ ）を求めた。また、磁界印加方向を垂直方向に書かせた場合 $S_{\perp}$ と面内方向 $S_{//}$ の2方向について求め、その比 $S_{\perp}/S_{//}$ を求めた。その結果、本発明の実施例1-1および1-4は $S_{\perp}/S_{//}$ の値が約5と良好な垂直磁気異方性を示す垂直磁気記録媒体が形成されていたが、実施例1-2では $S_{\perp}/S_{//}$ の値が約3とまずまずであった。また、熱処理中に磁界を印加しなかった試料、実施例1-3および比較例Aは、異方性がほぼ等方的であり、 $S_{\perp}/S_{//}$ の値がほぼ1であり、垂直異方性を示

す試料は作成できなかった。

【0064】

次に、以上のように作成した試料をプラズマCVD装置に挿入して、保護層としてダイヤモンド状カーボン膜を約8nm形成した。

【0065】

次に、上記本発明の磁気記録媒体を、図6に示す磁気記録再生装置を用いて評価した。この場合、記録ヘッドには図4に示すような単磁極ヘッドを用い、再生にはGMRヘッドを用いた。再生ヘッドのシールドギャップ長は0.1 $\mu$ mのものを使った。媒体の高密度記録特性を評価するために、50kFCI (Flux change per inch、1インチ当たりの磁化反転数) から数百kFCIまで記録周波数を変化させて、再生出力を検出し、再生出力が50kFCIの時の再生出力の半分になる出力半減記録密度 ( $D_{50}$ ) を求めた。

【0066】

この結果、実施例1-1の $D_{50}$ は380kFCIと非常に高記録密度の記録が可能であることが証明された。また、実施例1-4の場合は300kFCIであった。この場合、微粒子の分散が不均一な部分があるらしく、出力が不安定であった。これに対して、実施例1-2の場合は、250kFCI、実施例1-3は、240kFCI、比較例Aは180kFCIであった。

【0067】

(実施例2)

2. 5インチのガラス基板4上に、図1の構成の磁気記録媒体を形成した。軟磁性薄膜層3としてFe-Ta-C膜を前述と同じスパッタ法で形成した。この膜のBsは約1.6T、Hc=0.5Oe、 $\mu=1000$ である。膜厚は300nmとした。

【0068】

次に、微粒子として約9nmの直径のCo微粒子を用い、Co微粒子表面に末端にアミノ基を官能基として有するメトキシシラン化合物からなる単分子膜を形成した。

【0069】

次に、軟磁性薄膜層の形成されたガラス基板の試料の表面に、末端にカルボキシル基を官能基として有するメトキシシラン化合物からなる単分子膜を形成した。

【 0 0 7 0 】

次に、単分子膜の形成された微粒子を、単分子膜の形成された軟磁性薄膜上に塗布して、官能基同士を反応させて、微粒子を軟磁性膜上に配列した。

【 0 0 7 1 】

また、比較のために、他は全く同じで軟磁性薄膜層 3 の無い媒体も作製した（比較例 B）。

【 0 0 7 2 】

このようにして作製した、図 1 に示す磁気記録媒体を実施例 1 と同様の磁気記録再生装置で評価した。その結果、比較例 B の出力半減記録密度  $D_{50}$  が 1 6 0 k F C I であったのに対して、本発明の実施例 2 は 3 1 0 k F C I と非常に高い値を示した。

【 0 0 7 3 】

【発明の効果】

以上示したように、本発明では、高記録密度を可能にする磁気記録媒体が得られ、高密度磁気記録再生装置を実現することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の磁気記録媒体の断面模式図

【図 2】

従来の磁気記録媒体およびヘッドの断面模式図

【図 3】

従来の磁気記録媒体およびヘッドの断面模式図

【図 4】

本発明の磁気記録媒体およびヘッドの断面模式図

【図 5】

本発明の別の磁気記録媒体およびヘッドの断面模式図

【図 6】

本発明の磁気記録再生装置の模式図

【図 7】

有機コーティング膜が表面に形成された磁性微粒子の模式図

【図 8】

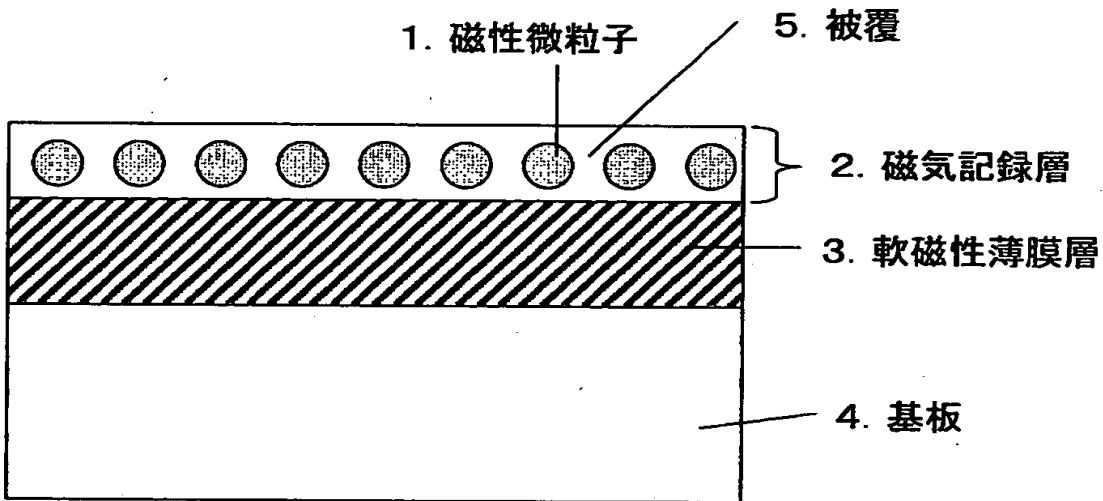
単分子膜同士の化学結合を利用して、軟磁性薄膜上に磁性微粒子を分散させる  
方法を説明する図

【符号の説明】

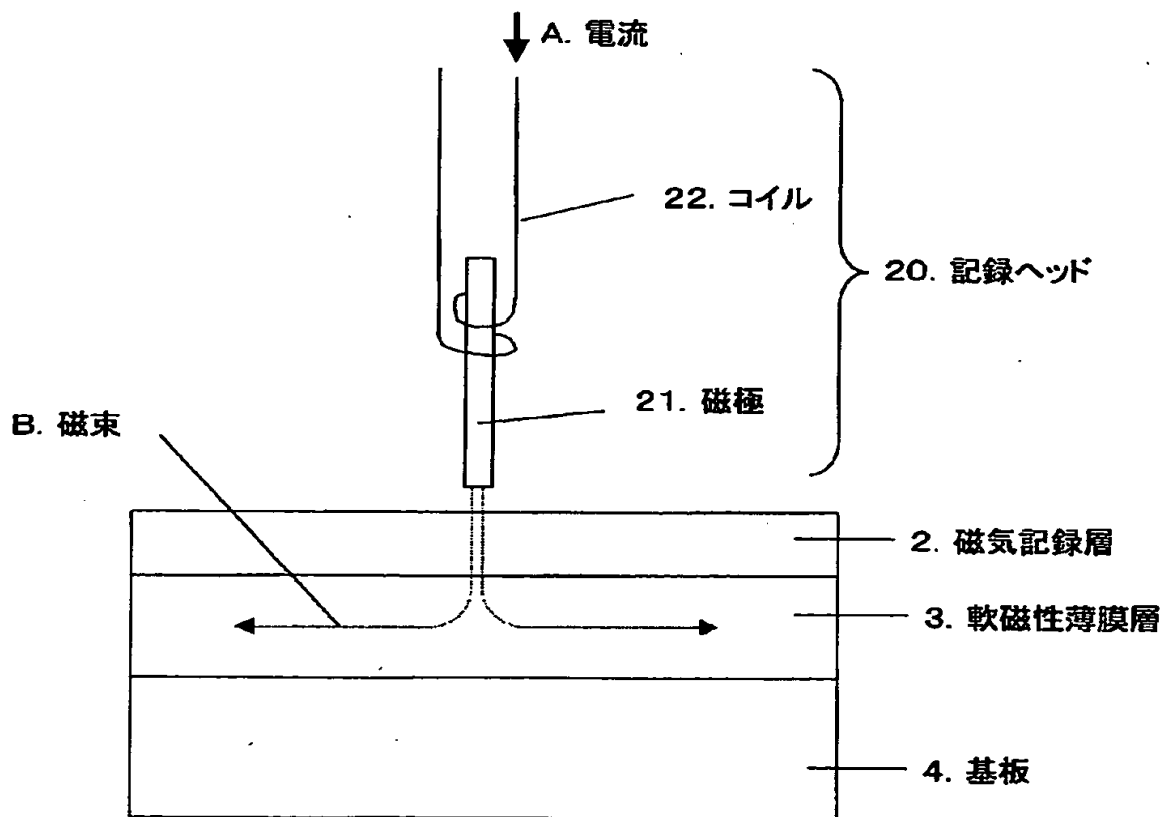
- 1 磁性微粒子
- 2 磁気記録層
- 3 軟磁性薄膜層
- 4 基板

【書類名】 図面

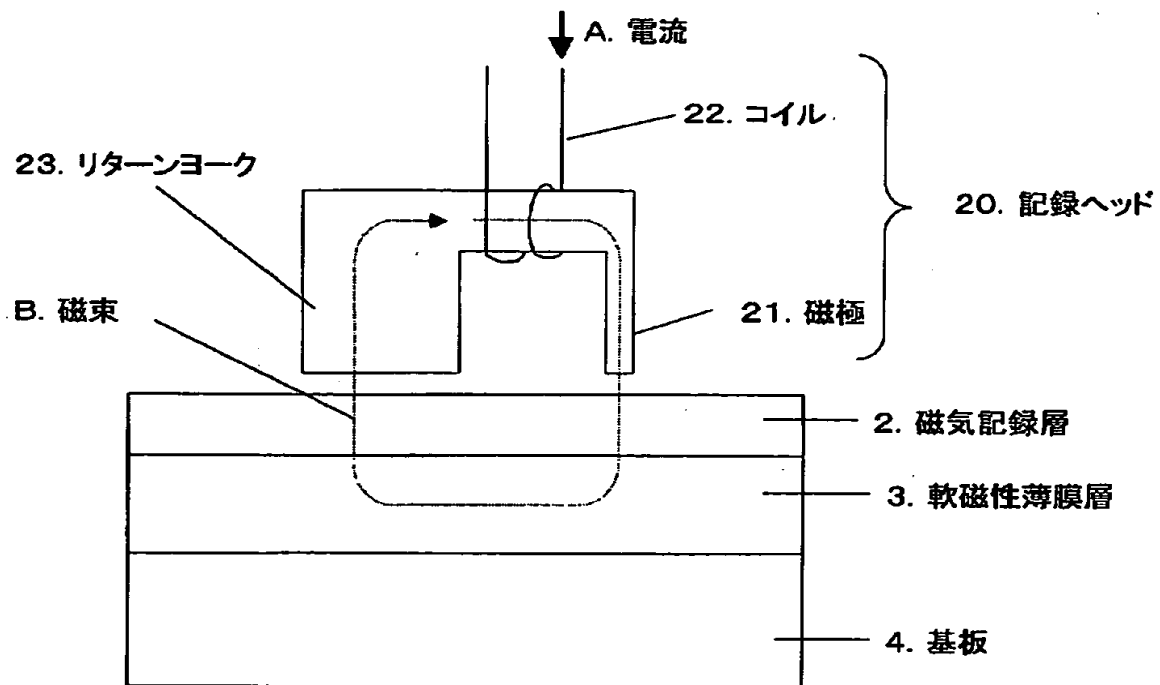
【図 1】



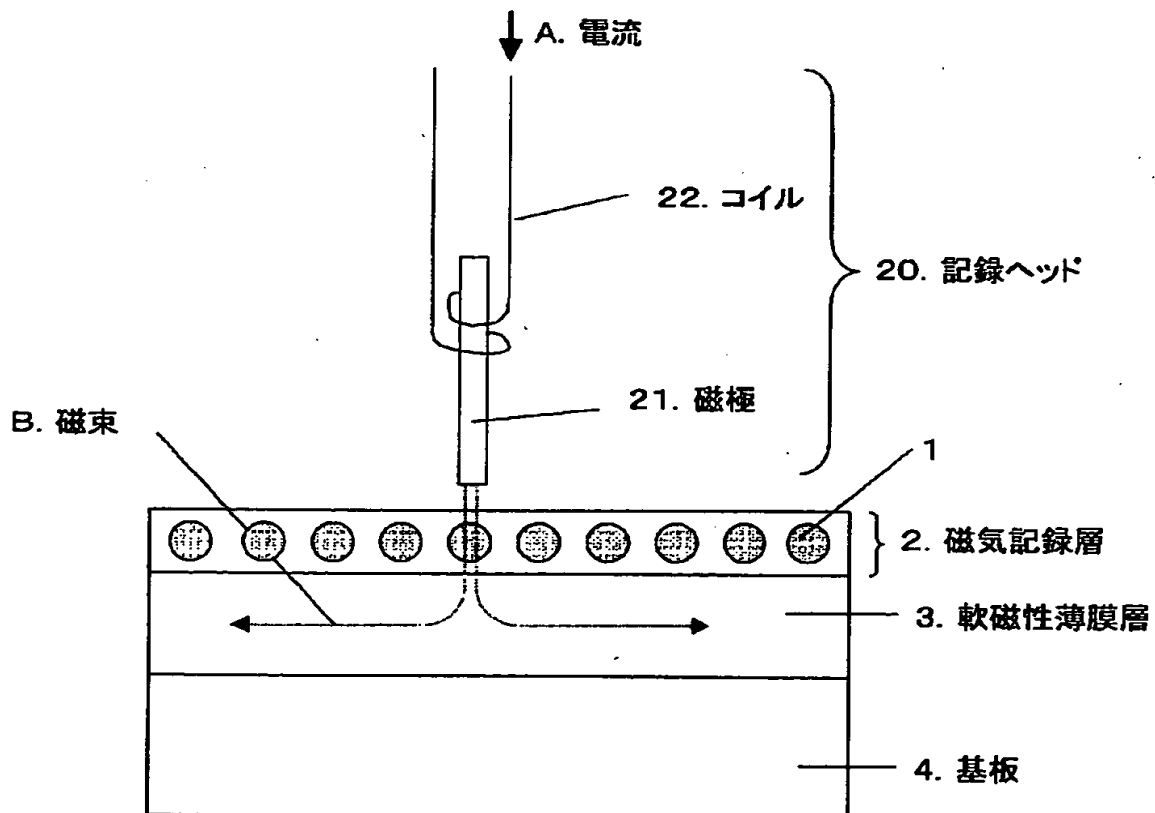
【図 2】



【図 3】

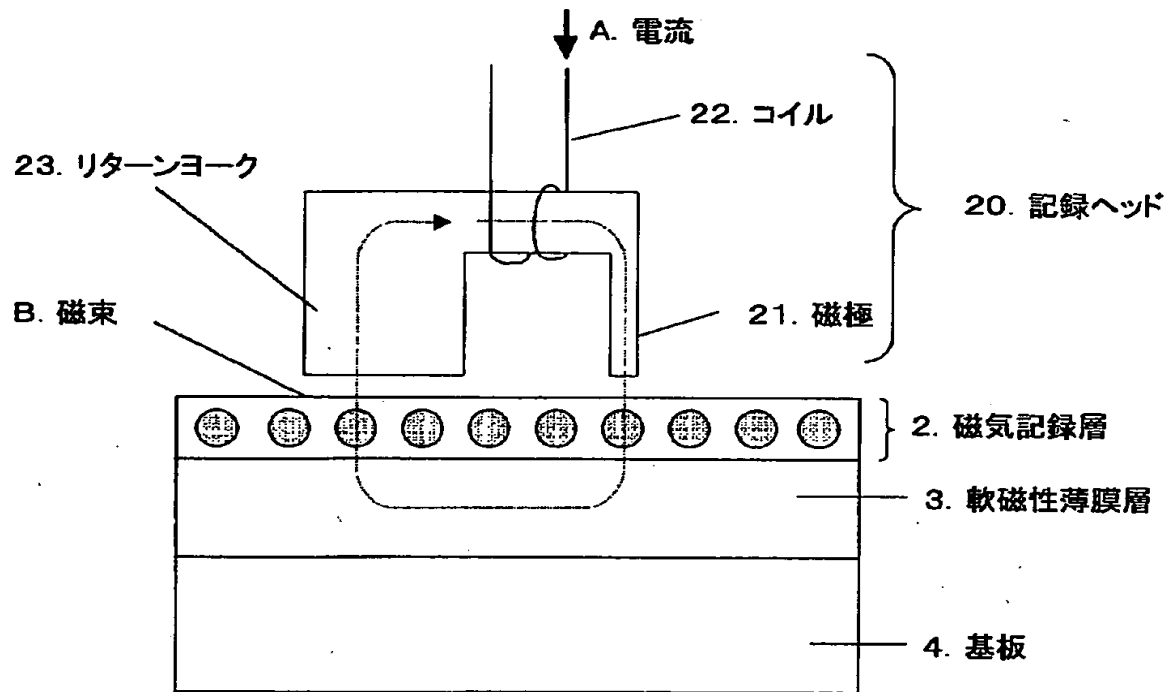


【図 4】

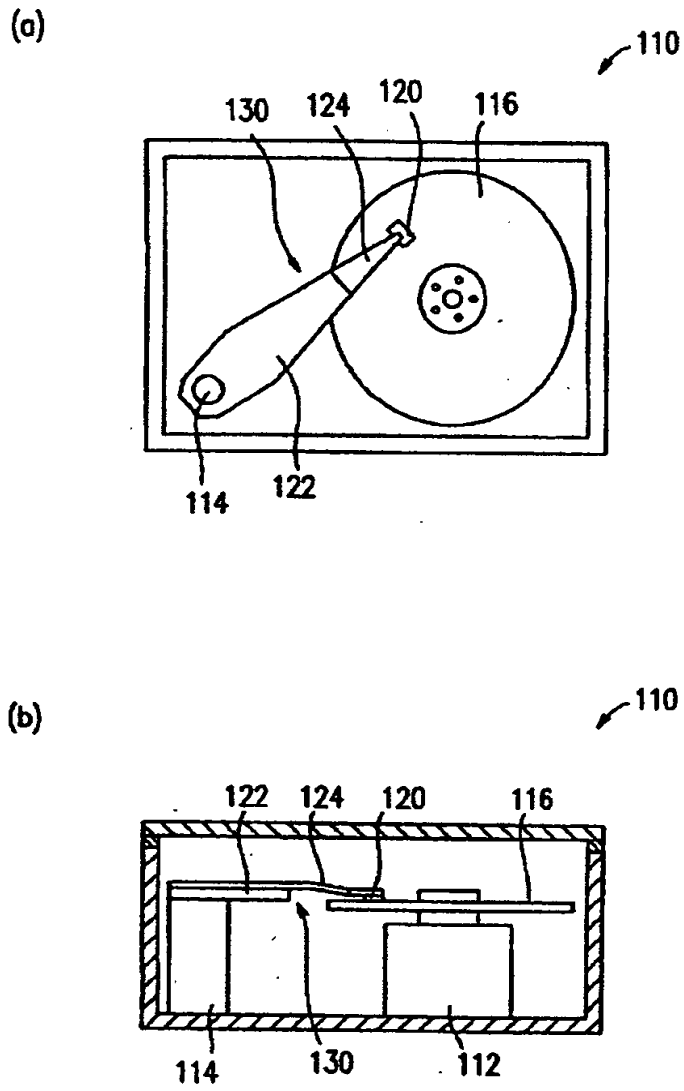




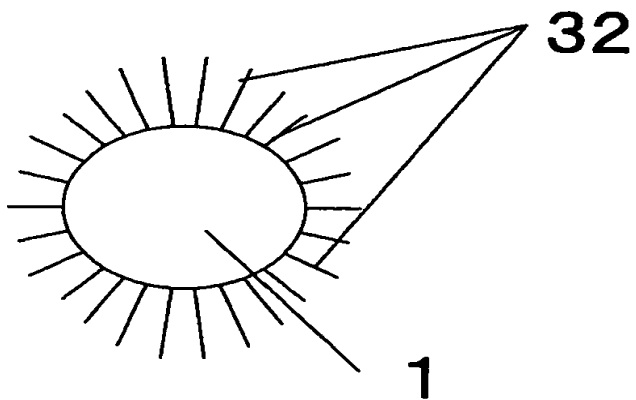
【図5】



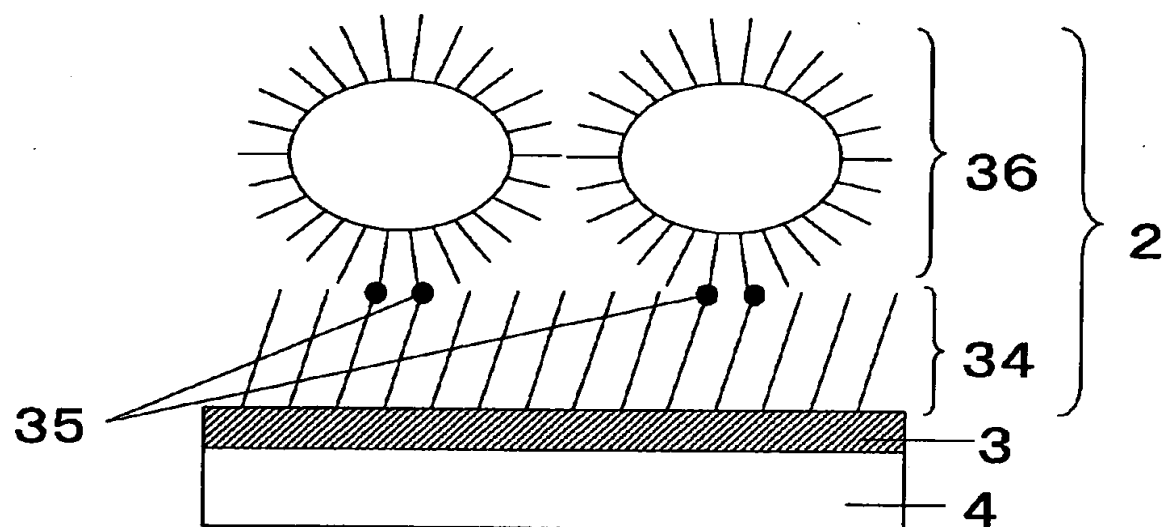
【図 6】



【図 7】



【図8】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 磁性微粒子を用いた磁気記録媒体においては、磁気異方性が等方的である等、垂直磁気記録に適した構成となっていなかった。

【解決手段】 熱処理する際、高磁界を膜面垂直方向に付与することにより、垂直磁気方性を発生させる。また、軟磁性下地層を微粒子層の下に設けることにより、より垂直磁気記録に適した構成とする。

【選択図】 図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005821]

1. 変更年月日 1990年 8月28日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府門真市大字門真1006番地

氏 名 松下電器産業株式会社